ChinaXiv合作期刊

第29卷 第6期
2015年6月

材料研究学报
CHINESE JOURNAL OF MATERIALS RESEARCH

Vol. 29 No. 6
June 2015

冷变形对GH3535合金的组织和力学行为的影响*

范金辉[1] 陈克信[1,2,3] 梁建平[2,3] 李志军[2,3] 李肖科[2,3]

1. 东华大学机械工程学院 上海 201620
2. 中国科学院上海应用物理研究所 上海 201800
3. 中国科学院核辐射与核能技术重点实验室 上海 201800

摘 要 对GH3535合金进行不同变形量的拉伸, 研究了冷变形对GH3535合金力学性能的影响, 用OM、TEM对冷变形后的组织结构进行观察并结合真应力-真应变曲线分析了GH3535合金加工硬化的变形机制。结果表明, GH3535合金具有显著的加工硬化特性, 冷变形使其强度和硬度提高, 但是塑性降低; 随着变形量的增大晶粒沿着变形方向伸长, 孪晶变多且更粗大。GH3535合金的加工硬化规律遵循Ludwigson模型, 随着冷变形量的增大GH3535合金的加工硬化指数降低, 变形机制由单滑移和孪生逐渐变成交滑移和孪生。当变形量小于30%时加工硬化主要是位错的长程应力场和孪晶引起的, 当变形量大于30%时主要是位错的短程应力场和形变孪晶引起的。

关键词 金属材料, 镍基高温合金, 冷变形, 组织, 力学性能

分类号 TG142 文章编号 1005-3093(2015)06-0439-06

Effect of Cold Deformation on Microstructure and Mechanical Behavior of Ni-based High Temperature Alloy GH3535

FAN Jinhui[1] CHEN Kexin[1,2,3] LIANG Jianping[2,3**] LI Zhijun[2,3] LI Xiaoke[2,3]

1. College of Mechanical Engineering, Donghua University, Shanghai 201620, China

2. Shanghai Institute of Applied Physics, Chinese Academy of Sciences , Shanghai 201800, China

3. Key Laboratory of Nuclear Radiation and Nuclear Energy Technology, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China

*Supported by the Program of International S&T Cooperation, ANSTO-SINAP No. 2014DFG60230, National Natural Science Foundation of China Nos. 51371188 & 51371189, and Strategic Priority Research Program of the Chinese Academy of Science No. XD02004210.

Manuscript received October 24, 2014; in revised form January 14, 2015.

**To whom correspondence should be addressed: Tel: (021)39534077, E-mail: liangjianping@sinap.ac.cn

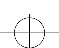
ABSTRACT The effect of extensometer induced cold-tesile deformation on microstructure and mechanical properties of Ni-based high temperature alloy GH3535 were investigated by means of OM and TEM as well as measurement of true stress-true stain curves. It was found that GH3535 alloy shows characteristics of strong work hardening; cold deformation can result in significant increase of its strength and hardness, whereas decrease of its ductility. With the increase of deformation degree grains were elongated along the deformation direction and twins became profusely lager. The work hardening kinetics of GH3535 alloy is constant with Ludwigson model, dislocation slipping and twin are the main deformation mechanism. With the increase of deformation degree the slip behavior of dislocations changes from single slip to cross slip. When the deformation degree below 30% the work hardening is mainly caused by the dislocation long-range stress field and twin, conversely, for the deformation degree above 30% work

* ANSTO-SINAP 联合材料研究项目 2014DFG60230, 国家自然科学基金 51371188 和 51371189, 中国科学院战略性先导科技专项项目 XD02004210资助。

2014年10月24日收到初稿; 2015年1月14日收到修改稿。

本文联系人: 梁建平

chinaXiv:202303.00282v1



ChinaXiv合作期刊

hardening is mainly caused by the dislocation short-range stress field and deformation twin.

KEY WORDS metallic materials, nickel-based superalloy, cold deformation, microstructure, mechanical property

熔盐堆因其固有的优势(更适合利用钍资源、良好的安全性、高增殖比等)受到了国际核能界的青睐, 是使用钍铀燃料循环实现233U增殖的理想堆型, 并列入6种候选第四代先进核能反应堆堆型之一[1], 也是其中唯一的液态燃料反应堆。

熔盐堆所用的合金结构材料应该有耐高温、耐腐蚀、耐中子辐照等特点, 而Hastelloy N合金是为熔盐堆环境专门开发的一种Ni-Mo-Cr耐蚀合金, 具有固溶强化的面心立方结构; 高钼低铬含量使其在高温熔盐环境下具有优异的性能, 主要应用于制造熔盐堆的回路管道和容器等结构材料[2, 3]。目前关于Hastelloy N合金的研究, 主要集中在辐照、腐蚀及析出物等方面。橡树岭实验室研究了冷变形对Hastelloy N合金力学性能的影响, 但并没有结合真应力-真应变曲线和不同变形过程中的组织特征系统地分析材料的加工硬化变形机制。本文对GH3535合金施加不同的变形量, 研究不同变形量对合金的组织和力学行为的影响, 并应用Ludwigson模型对其真应力-真应变相应曲线进行分析, 在此基础上分析材料的加工硬化变形机制。

1 实验方法

实验用GH3535合金棒材的化学成分为(质量分数, %): C 0.013, Cr 7.08, Mn 0.67, Mo 16.7, Fe 4.2, Si 0.45, Co 0.009, Cu 0.006, P 0.005, Ti 0.004, S 0.001, B ≤0.0005, Ni 余量。先采用1177℃/40 min固溶处理, 然后将其加工成标距为25 mm标准圆棒拉伸试样。

在Zwick/Roell Z100 型电子材料万能试验机上借助标准引伸计将试样拉伸至不同的预变形量(4%, 7%, 10%, 20%, 30%, 40%), 然后卸载, 从而制备出不同变形量的拉伸试样。按照GB/T228.1-2010《金属材料室温拉伸试验方法》对具有不同变形量的试样利用引伸计重新标定标距后进行拉伸试验, 将试样拉至断裂, 比较其力学性能。

沿其拉伸方向制取金相试样在Axio Imager M2m 金相显微镜进行观察, 并在Zwick/Roell ZHV30型维氏硬度计上测试硬度(HV)。透射电镜薄膜试样取自拉伸试样均匀形变部分的横剖面, 用线切割方法将所需试样切成0.5 mm厚的薄片, 用1500号砂纸磨至100 μm后冲成直径为3 mm的小圆片, 然后用型号为TenuPol-5 电解双喷仪制成透射电镜试样。腐蚀液选用成分为5%$HClO_4$+95% C_2H_5OH溶液(温度−20 — −30℃, 电压 30−50 V)。电解减薄后及时用酒精清洗晾干, 在型号为FEI Tecnai G2透射电镜上观察GH3535合金微观组织结构。

2 结果和讨论

2.1 冷变形后的显微组织

图1给出了GH3535合金不同变形量下的显微组织形貌。从图1a可以看出, 固溶态的材料为典型的奥氏体组织, 等轴状晶粒, 平均晶粒尺寸为35 μm, 由较多的退火孪晶且清晰可见连续平直的孪晶界。从图1b-g可明显看出, 随着变形量的增大晶粒的变形程度也逐渐增加, 晶粒沿着拉伸方向逐渐拉长, 形变孪晶数目增加, 孪晶更粗大。另外, 20%变形量时有些晶粒内部的孪晶界已经开始弯曲, 有些还是连续平直的。这说明, 此时孪晶界的完全共格关系开始遭到破坏, 意味着孪晶开始阻碍变形。当变形量增加至30%和40%时可观察到大多数晶粒内部的孪晶界已经弯曲, 表明孪晶界的完全共格关系进一步遭到破坏。

2.2 冷变形后的室温力学性能

GH3535合金的冷变形量与真应力-真应变曲线的关系, 如图2所示。可以看出, 随着变形量的增大材料的强度提高, 且试样最大拉伸真应力对应的真应变呈递减趋势, 产生了明显的加工硬化现象。由图3可以看出, 材料的屈服强度和抗拉强度随着变形量的增加均逐步在提高, 而塑性随之下降。同时还可以看出, 随着变形量的增大屈服强度和抗拉强度的差距越来越小。这说明, 材料的屈强比随着变形量的增加而增加, 材料的可成型性逐渐降低; 且在变形量40%时表现出屈服强度和抗拉强度相等的现象。其原因是, 材料的屈服强度主要由材料中位错的大规模滑移控制, 冷变形使材料内部产生位错, 变形量越大, 位错密度越大, 位错间的交互作用也越大, 因而冷变形使材料的屈服强度显著增加; 而抗拉强度主要由材料中微裂纹的萌生和扩展控制, 位错运动对其影响有限, 因而冷变形对材料的抗拉强度增大作用相对较小。位错间的交互作用使位错的可动性降低, 流变应力增高, 位错密度高产生的胞结构的强化作用明显, 从而使加工硬化率降低, 两者的综合作用使材料的均匀塑性明显下降[4]。

chinaXiv:202303.00282v1

ChinaXiv合作期刊

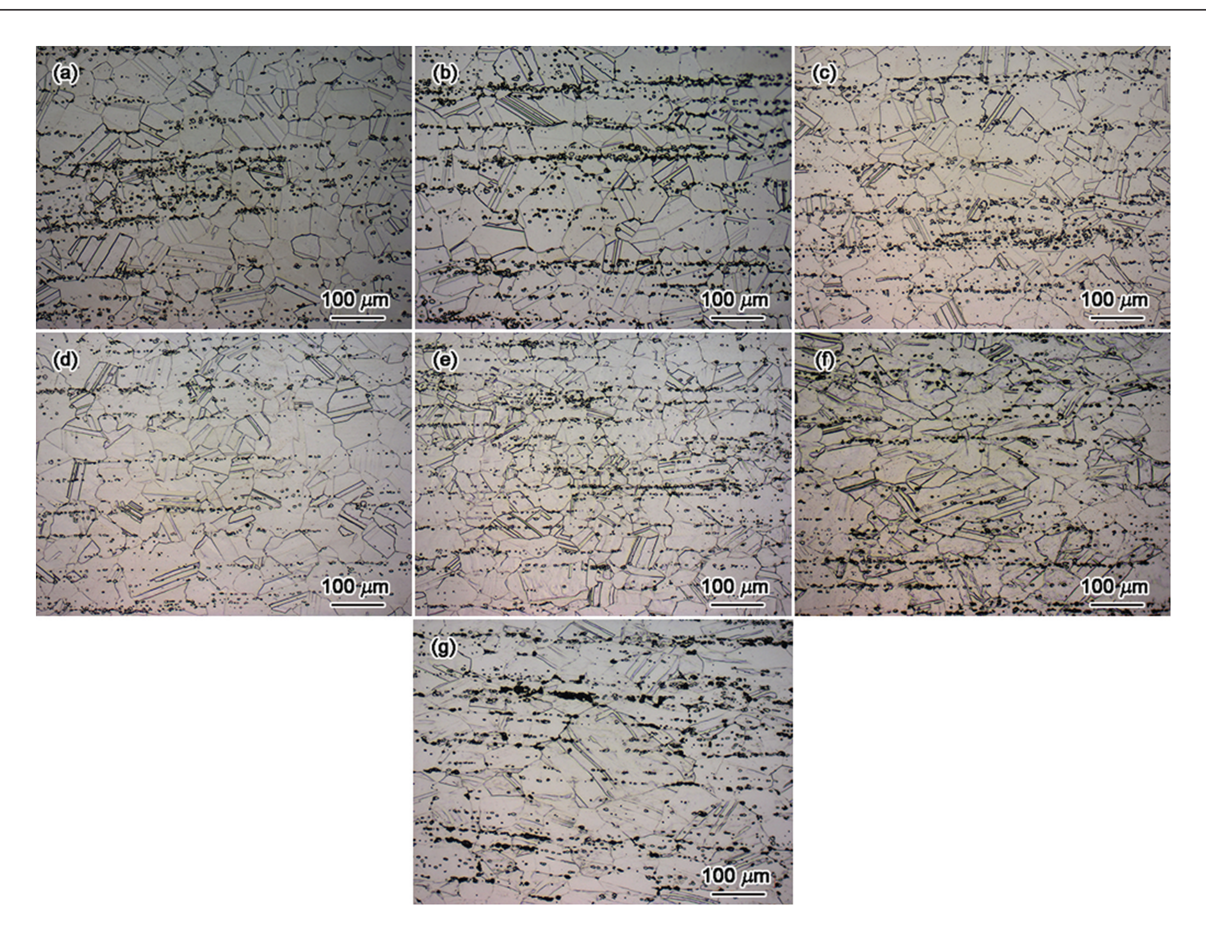


图1 不同变形量GH3535合金的金相组织

Fig.1 Microstructures of samples with different cold deformation degree (a) 0%, (b) 4%, (c) 7%, (d) 10%, (e) 20%, (f) 30%, (g) 40%

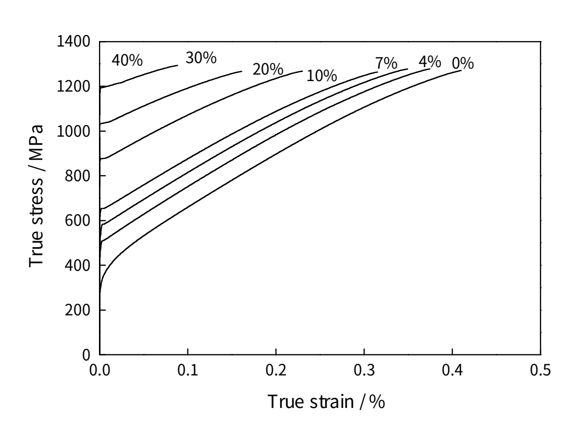


图2 不同变形量GH3535合金的室温拉伸真应力-真应变曲线

Fig.2 True stress-true stain curves of samples with different cold deformation degree

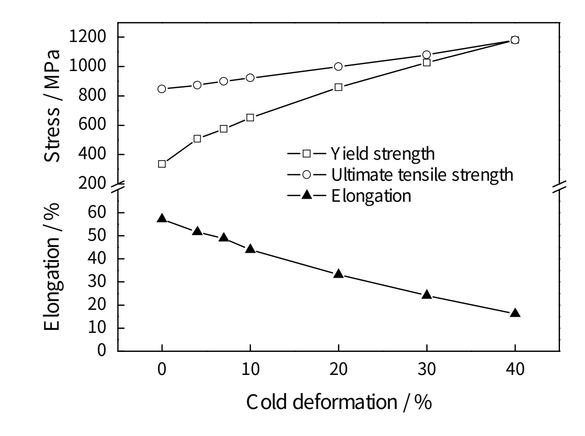


图3 不同变形量GH3535合金的力学性能

Fig.3 Mechanical properties of samples with different cold deformation degree

图4给出了不同材料经不同冷变形后的硬度曲线。图4表明, GH3535合金未变形时的试样硬度为HV 193, 随着变形量的增大硬度显著提高。当变形量为40%时硬度达到HV 390, 表明GH3535合金具有极强的冷变形加工硬化能力。从图4还可以看出GH3535合金的冷变形加工硬化能力介于Hastelloy C276合金和Hastelloy C22合金之间[5]。

2.3 讨论

奥氏体钢的真应力-真应变曲线的稳态流变段取对数后呈上凹型, 因此无法使用传统的Hollomon方程($\sigma = K\varepsilon^n$, 式中σ为真应力, ε为真应变, K为强度因子, n为加工硬化指数)描述。为此, Swift等[6-8]提出了几种拟合奥氏体钢的真应力-真应变稳态流变曲线。其中Ludwigson提出的模型受到了普遍的关注, 描述奥氏体钢等面心立方金属及合金的真应

chinaXiv:202303.00282v1

ChinaXiv合作期刊

chinaXiv:202303.00282v1

变-真应力曲线模型为

$$\sigma = K_1\varepsilon^{n_1} + \exp\ (K_2 + n_2\varepsilon)$$

式中K_1和n_1分别对应Hollomon方程中的K和n; K_2是宏观塑性应变开始时($\sigma - K\varepsilon^n$)偏差的对数值, n_2是表示塑性应变增加时短程作用力和长程作用力比值减小的速率。此外Ludwigson模型还定义了一个临界应变ε_L, 其含义为当真应变大于该值时, 材料的真应力-真应变曲线可用Hollomon模型进行描述。该参数可作为材料的变形机制从单滑移向交滑移过渡的度量[8, 9]。

图5给出了不同变形量GH3535合金室温拉伸真应力-真应变对数坐标曲线。由图5可见, GH3535合金的真应力-真应变曲线取双对数后呈明显上凹型, 随着变形量的增大曲线的凹度减小, 并逐渐接近线性; 同时, 不同变形量高应变区都趋于线性, 线性斜率呈递减趋势; 变形量为30%时曲线基本呈线性, 表明此时可采用传统的Hollomon方程描述。

采用Ludwigson模型对不同变形量GH3535合金的真应力-真应变曲线的稳态流变阶段进行回归分析, 结果如表1所示。可以看出, Ludwigson模型能对不同变形量GH3535合金真应力-真应变曲线进行很好地描述。在Ludwigson模型中n_1反映了金属材料抵抗继续塑性变形的能力, 其值越大表示合金在成形过程中的加工硬化越严重。n_1值的大小与材料的层错能高低有关, 层错能低的n_1值大则层错能高的n_1值小。由于层错能反映了交滑移的难易程度, 层错能越低则交滑移越难进行, 因此从n_1值的大小可分析材料的变形机制[10-13]。从表1可以看出, 随着变形量的增大材料的加工硬化指数n_1迅速减小。这说明, 冷变形提高了GH3535合金的层错能, 且变形量达到30%时临界应变ε_L<0, 说明材料的变形机制在初始变形阶段就表现为交滑移。因此, 低于此变形量时可用Ludwigson模型对不同变形量的GH3535合金真应力-真应变曲线进行回归分析, 材料的变形机制主要为单系平面滑移; 大于此变形量时材料以交滑移为主, 可用Hollomon方程进行回归分析。从表1还可以看出, 小于变形量30%时, 随着变形量的增大n_2的绝对值增加, 说明位错的长程应力场在增加, 短程应力场作用在减小, 此时加工硬化主要由位错的长程应力场引起, 对应组织中位错运动的晶粒数目在增加, 位错密度在增加, 但位错的交互作用引起的短程应力场不显著; 在30%变形量时n_2变为正值, 位错的短程应力场作用迅速增加, 占主导地位, 此时GH3535合金的加工硬化主要来自位错的短程应力场, 多个滑移系的启动, 位错相互交割, 滑移变得困难, 且组织中孪晶对滑移有强烈的阻碍作用, 变形抗力增加[11, 13]。变形量进一步增大时位错的大量增殖, 位错的短程应力场更强, 变形抗力进一步增加。

从前述的GH3535合金冷变形金相组织可以看出, 随着变形量的增大孪晶数量增加且尺寸变大, 说明孪晶是GH3535合金冷变形过程中一种重要的强化机制。Mahajan等[14-17]认为, 形变孪晶是当滑移受阻碍时不全位错在应力集中处运动萌发, 且形变孪晶的数量、厚度对材料的性能有重要的影响。形变孪晶的形成和长大与交滑移密切相关, 层错能越低交滑移越难进行, 低层错能降低位错的交滑移活动性使连续(111)面上孪晶位错运动受到限制, 从而孪晶的长大受到抑制; 另外, 基体位错会与孪晶相互作用, 阻止孪晶的长大。这就要求孪晶形核处的应力集中必须足够高以抵消位错的斥力, 这种应力集中随着层错能的提高增强, 说明层错能低, 形变孪晶难以长大。随着变形量增大合金的加工硬化指数n_1减

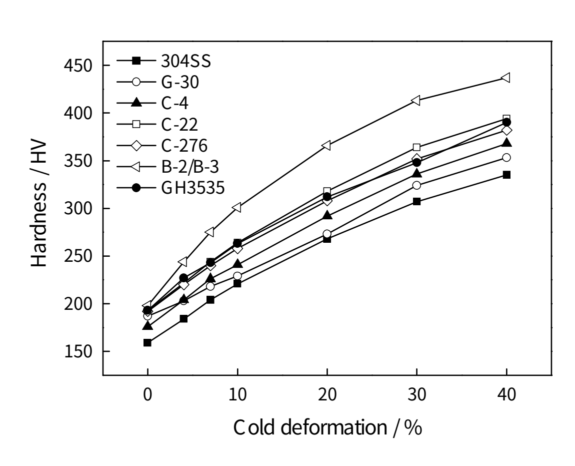


图4 不同变形量合金的硬度对比

Fig.4 Hardness of different material with different cold deformation degree

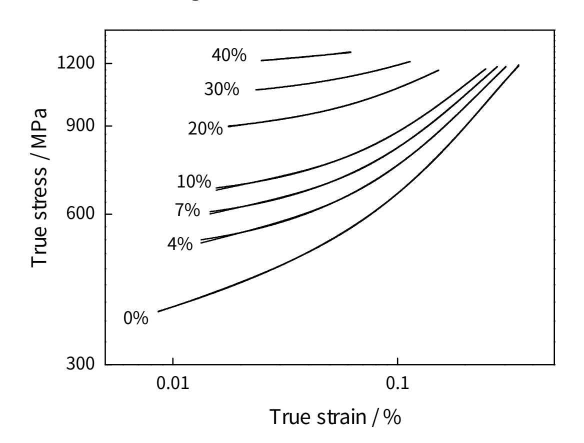


图5 不同变形量GH3535合金室温拉伸真应力-真应变对数坐标曲线

Fig.5 lg-lg scale true stress *vs* true stain curves of samples with different cold deformation degree

ChinaXiv合作期刊

小, 说明合金的层错能提高, 交滑移越来越容易, 孪晶形核处的应力集中越严重, 尤其在30%后位错以交滑移为主, 所以孪晶的数目增多, 形变孪晶变粗, 也因此加工硬化效果更明显。其原因是, 形变孪晶的形成相当于细化晶粒, 会增加流变应力, 且孪晶的形成增大了位错运动的障碍, 也增大了流变应力。

GH3535合金的冷变形组织演变过程与文献[18]的研究结果相似, 主要可以分为孪晶和滑移共同参与、孪晶阻碍滑移以及滑移切割孪晶三个阶段。从图6可以看出, 在变形量为0-20%时位错进行平面滑移, 不同滑移系的位错相互交截钉扎, 位错迅速增殖并形成密集的塞积群, 孪晶密度增加(图6a、b), 意味着有效晶粒尺寸的细化, 此阶段孪晶和滑移共同参与变形, 位错塞积群形成和孪晶密度的增加从而导致合金的加工硬化指数 n_1 减小, 强度增加; 当变形量再增大时更多的位错塞积群和形变孪晶形成(图6c), 孪晶强烈阻碍位错滑移运动(图6d)且部分孪晶局部发生弯曲变形, 孪晶界受到破坏, 说明此时孪晶界对位错的阻碍作用已不足以抵抗位错塞积等引起的应力集中, 同时位错的大量塞积会引起扩展位错束集并以交滑移参与变形, 此阶段孪晶阻碍滑移, 滑移方式由单滑移过渡到交滑移, 合金的加工硬化指数 n_1 减小进

表1 不同变形量GH3535合金Ludwigson模型的回归分析结果

Table 1 Ludwigson regression results of samples with different cold deformation degree

Cold deformation/%	K_1/MPa	n_1	K_2	$-n_2$	ε_L
0	2091.7	0.53	5.52	17.4	0.317
4	2029.9	0.45	5.76	22.1	0.260
7	1966.6	0.40	5.81	24.1	0.241
10	1910.0	0.35	5.84	26.9	0.217
20	1675.6	0.19	5.87	43.6	0.13
30	1447.9	0.09	2.43	-0.25	0
40	1432.8	0.04	-22.2	-1.04	0

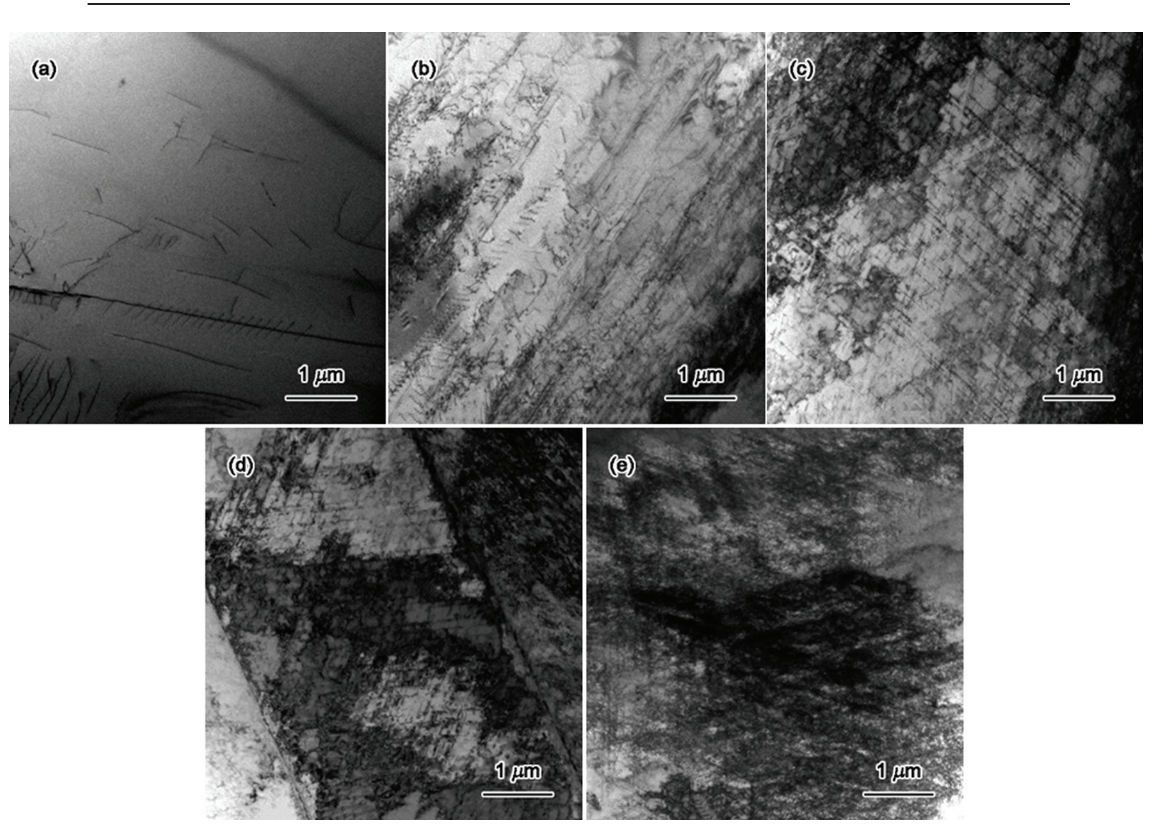


图6 GH3535合金在不同变形量下的微观组织

Fig.6 TEM micrographs of samples with different cold deformation degree (a) 0%, (b) 7%, (c) 20%, (d) 20%, (e) 40%

chinaXiv:202303.00282v1

ChinaXiv合作期刊

一步减小, 强度进一步增强, 对应的变形量为20%-30%; 当变形量再增大时, 由于位错的大量增殖(图6e), 孪晶的共格关系遭到严重破坏, 位错滑移开始切过孪晶, 将孪晶割破, 孪晶阻碍滑移的作用减少[18, 19]。

综上分析, GH3535合金在冷变形过程中产生的加工硬化主要是位错强化、孪晶强化共同作用的结果。当变形量小于30%时加工硬化主要是位错的长程应力场和孪晶引起, 当变形量大于30%时加工硬化主要是位错的短程应力场和形变孪晶引起。

3 结 论

1. 随着冷变形量的增大GH3535合金晶粒的变形程度逐渐增加, 晶粒沿着拉伸方向逐渐拉长, 孪晶数目增加, 孪晶更粗大。

2. GH3535合金具有显著的加工硬化特性, 冷变形使强度和硬度大幅度提高, 塑性降低, 其冷变形加工硬化能力介于Hastelloy C 276合金和Hastelloy C 22合金之间。

3. 冷变形量小于30%时GH3535合金真应力-真应变双对数曲线呈上凹型, 可采用Ludwigson模型回归分析; 大于此变形量时GH3535合金真应力-真应变双对数曲线趋向于直线, 也可用传统的Hollomon方程进行回归分析。

4. 采用Ludwigson模型可描述GH3535合金的真应力-真应变曲线, Ludwigson模型参数能很好地解释材料的变形行为。随着冷变形量的增大GH3535合金的加工硬化指数降低, 变形机制由单滑移和孪生逐渐变成交滑移和孪生。

5. GH3535合金在冷变形过程中产生的加工硬化主要是位错强化、孪晶强化共同作用的结果。当变形量小于30%时加工硬化主要是位错的长程应力场和孪晶引起, 当变形量大于30%时加工硬化主要是位错的短程应力场和形变孪晶引起。

参 考 文 献

1 T. Abram, S. Ion, Generation-IV nuclear power: A review of the state of the science, Energy Policy, **36**(12), 4323(2008)

2 H. E. McCoy Jr, Status of materials development for molten salt reactors, ORNL/TM-5920, (1978)

3 P. Hosnedl, O. Matal, Development of structural material and equipment for molten salt technology, Pyrochemical separations, **197** (2001)

4 YONG Qilong, *The Second Phase in Steel Materials* (Beijing, Metallurgical Industry Press, 2006)p.30
(雍岐龙, 钢铁材料中的第二相(北京, 冶金工业出版社, 2006) p.30)

5 Haynes International Inc, Fabrication of Hastelloy Corrosion-Resistant Alloys, H-2010F, 27(2003)

6 E. Voce, The relationship between stress and strain for homogeneous deformation, J. Inst. Met., **74**, 537(1948)

7 H. W. Swift, Plastic instability under plane stress, Journal of the Mechanics and Physics of Solids, **1**(1), 1(1952)

8 Ludwigson, Modified stress-strain relation for FCC metals and alloys, Metallurgical Transactions, **2**(10), 2825(1971)

9 WANG Songtao, YANG Ke, SHAN Yiyin, LI Laifeng, Effects of cold deformation on microstructure and mechanical behavior of a high nitrogen austenitic stainless steel, Acta Metallurgica Sinica, **43** (7), 713(2007)
(王松涛, 杨 柯, 单以银, 李来风, 冷变形对高氮奥氏体不锈钢组织与力学行为的影响, 金属学报, **43**(7), 713(2007))

10 WANG Congzeng, *Properties of Materials* (Beijing, Beijing University of Technology Press, 2001)p.21
(王从曾, 材料性能学(北京, 北京工业大学出版社, 2001)p.21)

11 LIU Shuxun, LIU Xianmin, LIU Rui, WANG Chunxu, XING Feng, Work-hardening behavior of 0Cr21Ni6Mn9N austenitic stainless steel, Journal of Iron and Steel Research, **17**(4), 40(2006)
(刘树勋, 刘宪民, 刘 蕤, 王春旭, 邢峰, 0Cr21Ni6Mn9N奥氏体不锈钢的应变强化行为, 钢铁研究学报, **17**(4), 40(2006))

12 LIU Shuxun, LIU Xianmin, WANG Weiming, Effect of cold deformation on mechanical properties of 0Cr21Ni6Mn9N stainless steel, Iron Steel, **40**(11), 67(2005)
(刘树勋, 刘宪民, 王维明, 不同变形量对0Cr21Ni6Mn9N不锈钢力学性能的影响, 钢铁, **40**(11), 67(2005))

13 ZHANG Songchuang, ZHENG Wenjie, SONG Zhigang, FENG Han, SUN Yong, Effect of cold deformation on structure and mechanical behavior of Inconel 690 alloy, Journal of Iron and Steel Research, **21**(12), 49(2009)
(张松闯, 郑文杰, 宋志刚, 丰 涵, 孙 勇, 冷变形对Inconel 690合金力学行为与组织的影响, 钢铁研究学报, **21**(12), 49(2009))

14 S. Mahajan, Critique of mechanisms of formation of deformation, annealing and growth twins: face-centered cubic metals and alloys, Scripta Materialia, **68**(2), 95(2013)

15 J. Narayan, Y. T. Zhu, Self-thickening, cross-slip deformation twinning model, Applied Physics Letters, **92**(15), 151908(2008)

16 J. A. Venables, The nucleation and propagation of deformation twins, Journal of Physics and Chemistry of Solids, **25**(7), 693(1964)

17 Y. Zhang, N. R. Tao, K. Lu, Effect of stacking-fault energy on deformation twin thickness in Cu-Al alloys, Scripta Materialia, **60**(4), 211(2009)

18 WANG Songtao, Mechanical behavior and mechanisms of nitrogen effect of high nitrogen austenitic stainless steels, PhD Thesis(Beijing, Graduate School of Chinese Academy of Sciences, 2008)
(王松涛, 高氮奥氏体不锈钢的力学行为及氮的作用机理, 博士学位论文(北京, 中国科学院研究生院, 2008))

19 G. Saller, K. Spiradek-Hahn, C. Scheu, H. Clemens, Microstructural evolution of Cr–Mn–N austenitic steels during cold work hardening, Materials Science and Engineering: A, **427**(1), 246(2006)

chinaXiv:202303.00282v1

